

# EUROPEAN PATENT OFFICE

## Patent Abstracts of Japan

PUBLICATION NUMBER : 01052809  
PUBLICATION DATE : 28-02-89

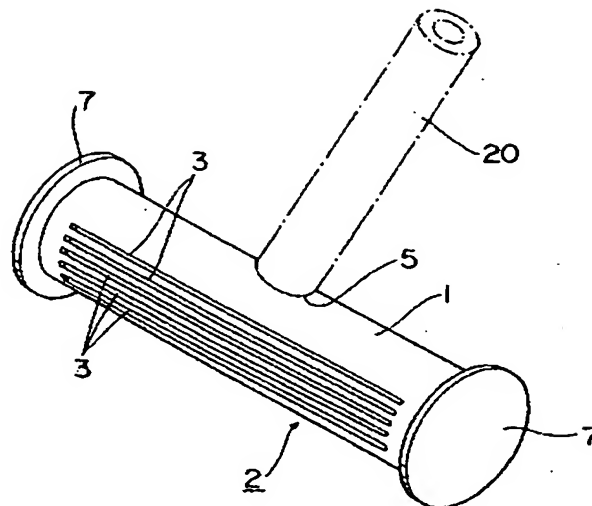
APPLICATION DATE : 24-08-87  
APPLICATION NUMBER : 62209914

APPLICANT : NIKKISO CO LTD;

INVENTOR : FUJIMURA MAKOTO;

INT.CL. : D01D 5/096 D01D 11/04 D01F 6/18  
D01F 9/22 // D01D 5/06

TITLE : SPINNING GUIDE



ABSTRACT : PURPOSE: To obtain a spinning guide capable of jetting a liquid from liquid discharge holes provided on the peripheral sides for changing the running direction of a gel fiber thereon without fusing or winding the gel fiber and inducing concentration unevenness of a coagulating solution.

CONSTITUTION: In a guide rod 1, liquid discharge holes 3 for discharging a liquid to a gel fiber are provided on the peripheral side 2 for changing the running direction of the gel fiber. Thereby the liquid can be present between the gel fiber and the surface of the guide and each filament is supported by the jetted stream to apply force for enabling the filaments to separate from the guide thereto.

COPYRIGHT: (C)1989,JPO&Japio

⑨ 日本国特許庁(JP)

⑩ 特許出願公開

⑫ 公開特許公報(A)

昭64-52809

⑮ Int. Cl. <sup>4</sup>	識別記号	庁内整理番号	⑭ 公開 昭和64年(1989)2月28日
D 01 D 5/096		A-8521-4L	
11/04		8521-4L	
D 01 F 6/18		Z-6791-4L	
		E-6791-4L	
9/22		Z-6791-4L	
// D 01 D 5/06			審査請求 未請求 発明の数 1 (全6頁)

⑭ 発明の名称 紡糸ガイド

⑯ 特 願 昭62-209914

⑰ 出 願 昭62(1987)8月24日

⑱ 発 明 者	今 井 宏 一	東京都渋谷区恵比寿3丁目43番2号	日機装株式会社内
⑲ 発 明 者	藤 村 誠	東京都渋谷区恵比寿3丁目43番2号	日機装株式会社内
⑳ 出 願 人	日 機 装 株 式 会 社	東京都渋谷区恵比寿3丁目43番2号	
㉑ 代 理 人	弁理士 福村 直樹		

明 細 書

1. 発明の名称

紡糸ガイド

2. 特許請求の範囲

(1) 紡糸ノズルの下方に設置して、紡糸ノズルから吐出されるゲル繊維の走行方向を転換する紡糸ガイドにおいて、ガイド棒を中空に形成し、このガイド棒の内部に液体導入路を設けるとともに、ゲル繊維の走行方向を転換するための周側面に前記液体導入路に連通する液体吐出孔を開設し、前記液体吐出孔から前記ゲル繊維に液を噴射するようにしてなることを特徴とする紡糸ガイド。

3. 発明の詳細な説明

〔産業上の利用分野〕

この発明は紡糸ガイドに関し、さらに詳しく言うと、特にポリアクリロニトリル(以下、PAN)とすることがある。)系重合体の乾湿式紡糸あるいは湿式紡糸において、ゲル繊維の融着や巻き付きがなく、良好な性状を有する糸を得ることので

きる紡糸ガイドに関する。

〔従来の技術およびその問題点〕

たとえば、PAN系炭素繊維などの高強度繊維は高弾性率を有する材料であり、その強度は表面の微細な傷によっても影響を受け易い。

したがって、たとえばPAN系炭素繊維の前駆体(プレカーサー)を製造するに際しては、出来るだけ傷の少ない繊維を製造する必要がある。

ところで、このような繊維を得るための紡糸方法としては、湿式紡糸法および乾湿式紡糸法が知られている。

特に乾湿式紡糸法においては、紡糸ノズルによるゲル繊維の吐出は、通常の場合、上方から垂直方向に行ない、紡糸ノズルから吐出されたゲル繊維の走行方向は、凝固浴中で、引き取り方向に転換される。このゲル繊維の走行方向の転換には、紡糸ガイドが広く用いられており、たとえばその表面を改良した紡糸ガイド(特開昭53-81733号公報、特開昭55-142719号公報等参照)、あるいは積極的に回転する紡糸ガイド(実開昭54-

93514号公報参照)などの種々の提案がなされてきた。

しかしながら、これらの従来の紡糸ガイドは、いずれもゲル繊維と直接に接触してゲル繊維の走行方向を転換するものである。①ガイド表面に接して内回りで走行するフィラメントがテンションにより圧着され、特に乾湿式紡糸ではフィラメント間融着が発生し易い、②また、ガイドが回転する場合には、フィラメントの一部がガイドに巻き付き易い、③さらに、ガイドが回転しない場合には、内回りで走行するフィラメントにガイドとの摩擦による傷がつき易い、等の問題があった。特にフィラメント間融着が発生すると、高強度のプレカーサーを得ることはできても、このようなプレカーサーから得られる炭素繊維の強度はフィラメント間融着が発生しない場合に比較して低下するので、とりわけ乾湿式紡糸法においてはフィラメント間融着の発生しない紡糸ガイドが望まれていた。

また、従来の紡糸ガイドを凝固浴中に設置する

3

#### 〔前記目的を達成するための手段〕

前記目的を達成するために、この発明者が鋭意検討を重ねた結果、液体を吐出可能とすることによりゲル繊維とガイド表面との間に液体を介在可能にしてなる紡糸ガイドは一本一本のフィラメントを噴流で支えるので、ゲル繊維間の融着なく、また、噴流によりフィラメントにガイドから離れようとする力を付与するので、ゲル繊維の巻き付きを防止することができ、しかも凝固浴中に設置して使用する場合にも、近傍に凝固液の濃度ムラを誘発することがないことを見い出して、この発明に到達した。

すなわち、この発明の概要は、紡糸ノズルの下方に設置して、紡糸ノズルから吐出されるゲル繊維の走行方向を転換する紡糸ガイドにおいて、ガイド棒を中空に形成し、このガイド棒の内部に液体導入路を設けるとともに、ゲル繊維の走行方向を転換するための周側面に前記液体導入路に連通する液体吐出孔を開設し、前記液体吐出孔から前記ゲル繊維に液を噴射するようにしてなることを

5

場合には、紡糸ガイドの近傍で凝固液に濃度ムラが生じるという問題もあった。

そこで、このような問題を解消する方法として、超音波振動を付与した紡糸ガイドを用いる乾湿式紡糸方法が提案されている(特開昭62-141111号公報参照)。

しかし、この方法により紡糸ガイドに超音波振動を与えた場合には、ゲル繊維と紡糸ガイドとが離接を繰り返して、ゲル繊維が脈動することとなるので、得られる繊維の太さが均一でないという新たな問題とともに断続的なフィラメント間融着は防ぐことができないという問題がある。

#### 〔発明の目的〕

この発明の目的は、前記問題を解消し、ゲル繊維間の融着やゲル繊維の巻き付きがなく、無傷で均一な太さの繊維を得ることができるとともに、乾湿式紡糸法あるいは湿式紡糸法において凝固浴中に設置して使用する場合にも凝固液の濃度ムラを誘発しない紡糸ガイドを提供することにある。

4

特徴とする紡糸ガイドである。

#### 〔作用〕

この発明の紡糸ガイドはガイド棒を中空に形成するとともに、このガイド棒の内部に液体導入路を設けてあり、通常、紡糸ノズルの下方であって、紡糸ノズルから吐出されるゲル繊維の走行方向に対して直角かつ水平方向に設置して使用することができる。

すなわち、上方に設置した紡糸ノズルから下方に向けて吐出されたゲル繊維は、ガイド棒の周側面に沿って、引き取り方向にその走行方向を転換する。

一方、このガイド棒の周側面には前記液体導入路に連通する液体吐出孔が開設してある。

そして、液体導入路の開口端は、液体導入口としてあり、外部から導入した液体は、この液体導入口から液体導入路に導かれ、液体吐出孔からゲル繊維に向けて吐出される。

液体吐出孔から吐出された液体は、ゲル繊維束を構成する各ゲル繊維に噴流圧を付与して融着を

6

防止しつつ、ゲル繊維とガイド表面との間、およびゲル繊維のフィラメントとフィラメントとの間に介在することとなり、ゲル繊維とガイド表面とは直接に接触することなく、ゲル繊維の走行方向が転換する。

#### 【発明の効果】

この発明によると、

- (1) ゲル繊維に向けて液体を吐出可能に形成してなるので、ガイド表面とゲル繊維との間、さらにゲル繊維束内の各フィラメントの間に液体を介在させることができ、
- (2) したがって、ガイド表面とゲル繊維とが直接に接触しないので、ゲル繊維を傷つけることがなく、
- (3) 特に融着の起こり易い乾湿式紡糸において、ゲル繊維束を構成するゲル繊維毎に噴流圧を付与するので、ゲル繊維間の融着を防止することができ、
- (4) また、フィラメントがガイドに巻付くことがなく、

7

このガイド棒1の形成に用いる材質は凝固液により腐蝕さえ起こらなければ、従来の紡糸ガイドの形成に用いる材質と同様のものを用いることができ、具体的には、硬質クロムメッキを施した金属、金属上にチタン、アルミナ、チタンカーバイド等のセラミックスやテフロン、シリコン等でコーティングを施したものの、ガラス、アルミナ、チタン、ジルコニア等のセラミックスなどが挙げられる。また、ベークライトその他の硬質プラスチックも、凝固液の腐蝕性の有無に応じて使用することができる。

この発明においては、ガイド棒1を回転不可能に形成してもよいし、回転可能に形成してもよいが、この実施例においては、ガイド棒1を回転不可能に形成してある。回転可能に形成する場合には、凝固液の導入は回転軸より行なうのがよい。

前記ガイド棒1において、ゲル繊維の走行方向を転換するための周側面2は、ゲル繊維の走行方向に対して突出する円弧状に形成してある。

この周側面2の、ゲル繊維の走行方向に対して

9

- (5) 凝固浴中に設置して使用する場合には、凝固液を吐出すれば、ガイド近傍に凝固液の濃度ムラが生じることもない、

等の種々の利点を有する紡糸ガイドを提供することができる。

#### 【実施例】

次に、この発明の実施例を示し、この発明についてさらに具体的に説明する。

第1図は、この発明の紡糸ガイドの一例を示す説明図である。

第1図に示すように、この実施例においては、ガイド棒1を円筒状に形成してある。したがって、ゲル繊維との接触面は円弧状となるが、ガイド棒1を積極回転および従動回転のいずれも不可能に形成する場合には、この接触面は円弧以外の形状であってもよく、たとえば3次放物線、トロコイド曲線等の形状も可能である。ただし、この場合、後述する液体吐出孔3は、この接触面のみに設ける。ゲル繊維との非接触面の形状には特に制限はなく、たとえば平面であってもよい。

8

垂直方向の曲率半径は、通常、10~200 mm、好ましくは50~100 mmである。

前記周側面2の表面の状態は、従来の紡糸ガイドと同様に鏡面状であってもよいし、梨地状であってもよい。万一、ゲル繊維が接触した場合にこのゲル繊維に傷が発生するのを紡糸するためには、微細な凹凸や尖端部分が無いものが好ましいのも従来の紡糸ガイドと同様である。

前記周側面2には、ゲル繊維に向けて液体を吐出するための液体吐出孔3が開設してある。

この液体吐出孔3の形状は、走行するゲル繊維束の幅方向に液体を均一に吐出できるものであればよく、たとえば第1図に示したように、ゲル繊維の走行方向に対して直交する方向に開口するスリット状であってもよいし、第3図に示したように、ゲル繊維の走行方向に対して直交する方向に一列の穴を複数列に開設してもよい。ただし、ゲル繊維の走行方向に沿って穴が並ぶと、噴流を受けるフィラメントと受けないフィラメントとが生じるので、穴の位置は適宜にずらすのがよい。

ここで、前記液体吐出孔3をスリット状に開設する場合において、スリット幅は、通常、1 mm以下、好ましくは0.2~0.5 mmである。また、スリット全長は、ゲル繊維束の幅以上であれば特に制限はなく、通常、2~20 cmである。さらに、スリット数はゲル繊維と接触する範囲内に3以上であることが好ましい。この範囲内のスリット数が2以下であると、この発明の目的が十分に達成されないことがある。また、スリットの間隔はこの実施例においては、第1図に示したように等ピッチであるが、ゲル繊維の走行方向転換の中心部のピッチ間隔を小さくして、この部分のゲル繊維が噴流により受ける力を大きくするようにしてもよい。

一方、第3図に示したように、前記液体吐出孔3を一列の穴で形成する場合において、穴の直径は、通常、4 mm以下、好ましくは0.5~2 mmである。また、穴を一列に形成する部位の全長および列の数は、それぞれ前記スリット全長、スリット数と同様である。

1 1

ここで、この液体としては、この発明の紡糸ガイドを凝固浴中に設置して使用する場合には、たとえばロダン塩水溶液、塩化亜鉛水溶液、硝酸水溶液、ジメチルアセトアミド(DMAC)水溶液、ジメチルスルホキシド(DMSO)水溶液、アセトン水溶液などの凝固浴に使用されている凝固液と同様の凝固液を用いればよいし、凝固浴中以外の場所に設置して使用する場合には、水を用いればよい。

この液体の吐出量は、紡糸ノズルから吐出されるゲル繊維の太さや張力に応じて、適宜に設定することができるが、通常はゲル繊維束の巾10 cm当り10 L/分~150 L/分の範囲である。ここで、ガイド棒1の断面形状が円であり、且つ、このガイド棒1が回転する場合には、ゲル繊維と接触しない方向からも液が噴射されることになるので、この2~3倍の吐出量が必要である。

なお、第1図に示すように、この実施例においては、前記ガイド棒1の両端にフランジ7が設けられている。

このフランジ7は、紡糸ノズルから吐出された

1 3

第2図に示したように、前記ガイド棒1の内部は中空であり、ここに液体導入路4が設けられている。

この液体導入路4は、前記液体吐出孔3に連通しており、さらに開口端を液体導入口5としてある。

前記液体導入口5には、たとえば第1図に仮想線で示したように、外部からの液体を搬送するための液体流通管20を取り付けるのであるが、この液体流通管20を、この発明の紡糸ガイドの支持具と兼用するのが良い。なお、液体導入口5と液体流通管20との接続は、たとえば、第2図に示したように、液体導入口5の内周面にねじ山6を形成しておき、これに液体流通管20の先端をねじ込むことにより行なうことができる。

すなわち、外部から、たとえばポンプなどの適宜の搬送手段により液体流通管20内を搬送された液体は、液体導入口5から液体導入路4に導入され、さらに液体吐出孔3からゲル繊維束に向けて吐出される。

1 2

ゲル繊維束が、ガイド棒1から外れるのを防止するためのものであり、ガイド棒1と一体に形成してもよいし、別体に形成したものをガイド棒1の両端に固着してもよい。なお、前記ガイド棒1を回転可能に形成する場合には、このフランジ7をガイド棒1の保持具とすることができる。

また、第4図に示したように、前記ガイド棒1にその周側面2の全巾を覆うカバー8を立設しておく、紡糸ノズルから吐出されたゲル繊維束の遊動を防止することができる。

このカバー8は、たとえば前記ガイド棒1の端部または前記フランジ7の端面に固定してもよいし、回動可能に取り付けてもよいが、好ましくは第4図に示したようにガイド棒1と別体に形成したものを周側面2の全巾を覆うように、且つ、図中の矢印方向に移動可能に立設するのがよい。すなわち、カバー8の好ましい態様は、紡糸開始時には糸通しの邪魔にならないように、取外しまたは後退可能であって、糸を通した後においては、所定の位置に固定可能なことである。

1 4

## (参考例1)

ポリマー濃度6.5%のポリアクリロニトリル／純塩化亜鉛濃厚水溶液（分子量125000、45℃における溶液粘度300ポイズ）からなる紡糸原液を、直径0.2mm、孔数1000の紡糸ノズルから6mmの空気層を経て凝固浴中に吐出させたゲル繊維束を、凝固浴（30%塩化亜鉛水溶液）中に設置したこの発明の紡糸ガイドにより30%塩化亜鉛水溶液を吐出しつつ角度30度で上方に方向転換して浴外に引き取った。

次いで、常法に従って水洗、延伸、油剤付与、乾燥緻密化を行ない、さらに水蒸気中で延伸して、プレカーサーを得た。得られたプレカーサーは、直径10μm、引張強度62kg/mm<sup>2</sup>、伸度15%であった。

このプレカーサーを240～260℃の空气中で酸化し、続いて窒素雰囲気中に最高温度1300℃で炭化して炭素繊維を得た。

得られた炭素繊維は、直径5.1μm、ストランド強度550kg/mm<sup>2</sup>であった。

15

1・・・ガイド棒、2・・・周側面、3・・・液体吐出孔、4・・・液体導入路。

## (参考例2)

前記参考例1において、この発明の紡糸ガイドに代えて、直径8mmのガラス製丸棒からなり、表面を鏡面状に形成してなる紡糸ガイドを用いたほかは、前記参考例1と同様にしてプレカーサーを得た。得られたプレカーサーは、直径10μm、引張強度80kg/mm<sup>2</sup>、伸度14%であった。なお、得られたプレカーサー中には、かなりの融着が見られた。

次いで、このプレカーサーを前記参考例1と同様に処理して、炭素繊維を得た。

得られた炭素繊維は、直径5.1μm、ストランド強度303kg/mm<sup>2</sup>であり、ストランド強度は前記参考例1に比較して劣っていた。

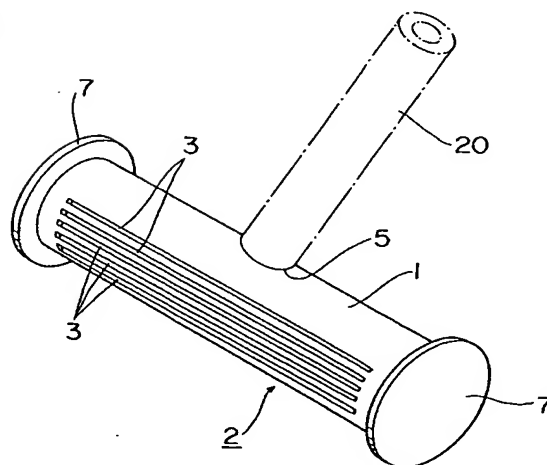
## 図面の簡単な説明

## 4. 図面の詳細な説明

第1図は、この発明の紡糸ガイドの一例を示す斜視図、第2図は同じくその断面図、第3図はこの発明の紡糸ガイドの他の一例を示す説明図、第4図はさらに他の一例の使用状態を示す説明図である。

16

第1図

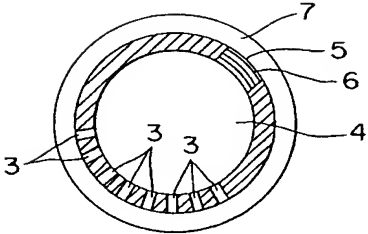


特許出願人 日機装株式会社  
代理人 弁理士 福村 直樹

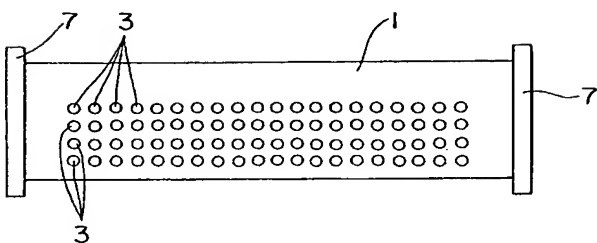


17

第 2 図



第 3 図



第 4 図

